

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## ⑫ 公開特許公報(A)

平3-221540

⑤ Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)9月30日

C 08 J 9/00  
 A 41 D 13/12  
           27/28  
           31/00  
 A 61 B 19/08  
 B 01 D 69/02  
 C 08 J 9/26  
 C 08 L 101/00

L T B

A 8927-4F  
 2119-3B  
 E 2119-3B  
 F 2119-3B  
 9052-4C  
 8822-4D  
 8415-4F  
 8016-4J

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 微生物不透過膜

⑯ 特 願 平2-14910

⑰ 出 願 平2(1990)1月26日

⑱ 発 明 者 越 智 与 志 貴 山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内  
 ⑱ 発 明 者 中 村 俊 一 山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内  
 ⑲ 出 願 人 徳山曹達株式会社 山口県徳山市御影町1番1号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

微生物不透過膜

## 2. 特許請求の範囲

(i) 表面の濡れ指数  $r_0$  (dyne/cm) が 60 以下であり、且つ下記式を満足する最大細孔径  $D_{max}$  ( $\mu m$ )

$$6/r_0 \leq D_{max} \leq 100/r_0$$

の連通孔からなる網状構造を有し、延伸により分子配向されてなり、空隙率が 30%~70%、ガレー通気度が 10 秒/100cc~10000 秒/100cc であることを特徴とする微生物不透過膜。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は最大細孔径よりも小さな微生物を透過させない多孔性且つ透湿性・通気性の微生物不透過膜に関する。

(従来技術及び発明が解決しようとする課題)

病院内で使用されている手術着、シーツ等は各種ウイルス、バクテリア等の微生物による院内感

染を防止するために、使い捨てにされる場合が多い。特に手術着は飛散した血液や体液等に含まれる微生物の侵入を防止するために、非通気性透湿層をコーティングした不織布などで作られている。しかし、このような手術着は通気性がなく、透湿性も十分でないためにむれ感が生じ、決して快適なものではない。通気性を与えるための多孔化を施した場合、その孔から血液・体液の浸透、それに供なう微生物の侵入の可能性が生じる。

(問題点を解決するための手段)

本発明者等は、上記問題点について鋭意研究を重ねた結果、表面の濡れ指数が特定の値以下であり、且つ最大細孔径と表面の濡れ指数とが特定の関係を満足する通気性の多孔性フィルムは、最大細孔径よりも小さい微生物であっても透過させないことを見出し、本発明を提案するに至った。

即ち、本発明は、表面の濡れ指数  $r_0$  (dyne/cm) が 60 以下であり、且つ下記式を満足する最大細孔径  $D_{max}$  ( $\mu m$ )

$$6/r_0 \leq D_{max} \leq 100/r_0$$

の連通孔からなる網状構造を有し、延伸により分子配向されてなり、空隙率が30%~70%、ガーレ通気度が10秒/100cc~10000秒/100ccであることを特徴とする微生物不透過膜である。

本発明の微生物不透過膜は、表面の濡れ指数  $r$ 。(dyne/cm) が60以下でなければならない。表面の濡れ指数  $r$ 。が上記値よりも大きい場合には、微生物の透過を防止することができない。本発明の微生物不透過膜の材質は、表面の濡れ指数  $r$ 。が上記値以下であれば、公知の樹脂が何ら制限なく用いられる。特に表面の濡れ指数  $r$ 。の値が適当であるため微生物の透過を効果的に防止し得ることから、ポリオレフィン樹脂が好適に用いられる。ポリオレフィン樹脂としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン-1又はポリメチルペンテン等の $\alpha$ -オレフィンの単独重合体、 $\alpha$ -オレフィン及びこれと共重合可能なモノマーとの共重合体及びそれらの混合物等が挙げられる。

上記の $\alpha$ -オレフィン及びこれと共重合可能なモノマーとの共重合体は、一般に $\alpha$ -オレフィン、

特にエチレン又はプロピレンを90重量%以上含み、共重合可能なモノマーを10重量%以下含む共重合体が好適である。上記共重合可能なモノマーも特に限定されず、公知のものが使用出来るが、一般には、炭素原子数2~8の $\alpha$ -オレフィン、特にエチレン、プロピレン、ブテンが好適である。

微生物不透過膜を手術着や医薬用シートに用いる場合、これらに柔軟性を付与するためにエチレンの単独重合体、エチレン及びこれと共重合可能なモノマーとの共重合体及びこれらの混合物が好適である。特に190℃で測定したメルトフローインデックスが0.01~50g/10分、好ましくは、0.1~30g/10分のエチレン単独重合体、エチレン及びこれと共重合可能なモノマーとの共重合体又はこれらの混合物は膜状に成形するときの成形性が良好であるため、本発明に於いて好適に使用される。

本発明の微生物不透過膜の最大細孔径  $D_{max}$  ( $\mu m$ ) は、下記式を満足していなければならない。

$$6/r \leq D_{max} \leq 100/r$$

最大細孔径  $D_{max}$  が上記下限値よりも小さい場合には、後述する通気度が得られないために、本発明の微生物不透過膜を手術着等の医薬用着衣として用いる場合にむれ感を解消することができない。逆に最大細孔径  $D_{max}$  が上記の上限値よりも大きい場合には、微生物の透過を防止することができず、また、血液等の透過も防止できない。

本発明の微生物不透過膜は、上記した最大細孔径  $D_{max}$  の連通孔からなる網状構造を有しており、さらに、後述する製造方法に由来して延伸により分子配向されている。

また、本発明の微生物不透過膜の空隙率は30~70%でなければならない。空隙率が30%未満の場合には後述する通気度とすることが困難であり、空隙率が70%を越えると微生物不透過膜の機械的強度が著しく低下するために好ましくない。特に、好適な通気度と機械的強度を満足させるためには、空隙率は35~65%であることが好ましい。

さらに、本発明の微生物不透過膜は、良好な通

気性を示し、ガーレ通気度は10秒/100cc~10000秒/100ccであり、好ましくは100秒/100cc~3000秒/100ccである。通気度が上記の下限よりも小さいときには、本発明の微生物不透過膜を手術着等の医薬用着衣とした場合にむれ感を解消することができず、逆に通気度が上記の上限よりも大きいときには、機械的強度が低下し、また、微生物の透過を防止することができない。

本発明の微生物不透過膜は、後述する樹脂と充填材との間に界面剥離を生じさせて多孔化する製造方法を採用した場合にはその製造方法に由来して充填材を含んでいてもよい。充填材は、無機充填材及び合成樹脂よりなる合成樹脂充填材等の公知の充填材が何ら制限なく採用される。無機充填材としては、周期律表第IIA族、第IIIA族及び第IVB族よりなる群から選ばれた1種の金属の酸化物、水酸化物、炭酸塩又は硫酸塩等が好適に用いられる。例えば、周期律表第IIA族の金属としては、カルシウム、マグネシウム、バリウム等の

アルカリ土類金属であり、第ⅢA族の金属としては、ホウ素、アルミニウム等の金属であり、また第ⅣB族の金属としては、チタン、ジルコニウム、ハフニウム等の金属が好適である。これらの金属の酸化物、水酸化物、炭酸塩又は硫酸塩は特に限定されず用いる。特に、好適に使用される無機充填材をより具体的に例示すれば、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化バリウム、酸化アルミニウム、酸化ホウ素、酸化チタン、酸化ジルコニウム等の酸化物；炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、炭酸バリウム等の炭酸塩；水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化アルミニウム等の水酸化物；硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸アルミニウム等の硫酸塩等である。

また、本発明で用いられる充填材として合成樹脂充填材も好適に用いられる。上記の合成樹脂充填材は、軟化温度又は分解温度がベース樹脂の成形温度より高いもの、好ましくは10℃以上高いものであれば、熱硬化性樹脂及び熱可塑性樹脂の別なく公知の合成樹脂が使用可能である。軟化温

度又は分解温度がベース樹脂の成形温度以下の場合には、ベース樹脂と充填材の混合物をフィルムに成形する時に該合成樹脂充填材が軟化したり、分解してガスが発生し、多孔性とすることができない。ベース樹脂の成形温度は、通常は180～230℃の範囲から採用される。

本発明に於いて好適に使用し得る合成樹脂充填材を具体的に例示すると、例えば、6-ナイロン、6, 6-ナイロン等のポリアミド；ポリ四フッ化エチレン、四フッ化エチレン-六フッ化プロピレン共重合体等のフッ素系樹脂；ポリイミド；シリコーン樹脂；フェノール樹脂；ベンゾグアナミン樹脂；或いはスチレン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル等とジビニルベンゼン等の架橋剤との共重合体が好適である。中でも、樹脂との界面剥離性が良好であり、延伸により容易に多孔性とすることができるという理由から、本発明ではシリコーン樹脂が好適に用いられる。

本発明に用いられる充填材は、微生物不透過膜

の最大細孔径を前記した範囲とするためには平均粒径が20μm以下、好ましくは0.01～5.0μmの範囲であることが好適である。

本発明におけるベース樹脂と充填材との配合割合はベース樹脂100重量部に対し、充填材30～300重量部、さらに50～200重量部となるように選ぶことが好ましい。

本発明の微生物不透過膜は、ベース樹脂により充填材を加えて公知の方法により熔融混合して膜状に成形し、その後、公知の方法により多孔化することにより製造される。本発明の微生物不透過膜は、一般に次の①～③の方法により好適に製造される。

- ① ベース樹脂を熔融して膜状に成形し、次いでベース樹脂の結晶を配列させ、延伸により結晶同士を剥離させて多孔化する方法。
- ② ベース樹脂及び充填材を熔融混合して膜状に成形し、次いで、該膜状物を面積延伸倍率1.5～10倍で延伸して充填材とベース樹脂との間に界面剥離をさせて多孔化する方法。

- ③ 充填材として無機充填材を用いて上記②と同様の方法により多孔化し、その後、酸で無機充填材を溶解除去する方法。

以上の方法によって、一般には厚みが0.03～3.0mm、好ましくは0.05～1.5mmの微生物不透過膜が得られる。

本発明の微生物不透過膜は、不織布、織布、編物等の布状物及び有孔フィルム等を一種類以上、貼り合わせて複合してもその微生物不透過性は失なわれない。これは、貼り合せる不織布等の孔径が、該微生物不透過膜の最大細孔径(D<sub>max</sub>)に比較して非常に大きいためであり、微生物の不透過性は、該微生物不透過膜によって決定される。また、貼り合せることにより、該微生物不透過膜の強度、着心地、風合を改良することができる。

特に着心地、風合を改良するためには、不織布、織布、編物等の布状物が好適に用いられる。特に微生物不透過膜は使用後は廃棄されるために価格的にも安価なものが要求され、特に不織布が好適に用いられる。手術着等の医業用着衣等に用いら

れる場合、肌に接する面に不織布等がくるように加工されるのが良い。これらの不織布の原料はポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ナイロン、アクリル、レーヨン等が好適に用いられる。衣服と肌との間にある微量水分を吸湿し、着心地をより良好にするためには、吸湿性のあるポリエステル、ナイロン、アクリル、レーヨン等の不織布がより好適に用いられる。

微生物不透過膜と不織布、織布、編物等の布状物及び有孔フィルム等との貼り合せは、微生物不透過膜に点状又はメッシュ状に接着剤を塗布もしくは散布し、貼り合わせる方法や、微生物不透過膜と不織布、織布、編物等の布状物及び有孔フィルム等を重ねあわせた後、エンボスロール（しば付ロール）で圧着し、部分的に熱接着させる方法等公知の方法で、通気性を損うことなく複合化することができる。

#### (効果)

以上の説明のごとく、本発明の微生物不透過膜は多孔性で優れた通気性を有するにもかかわらず、

は平均分子量を示す。

PP; ポリプロピレン ( $4.5 \times 10^5$ )

HDPE; 高密度ポリエチレン ( $4.5 \times 10^5$ )

L-LDPE; 直鎖状低密度ポリエチレン

( $4.5 \times 10^5$ )

#### 実施例

第1表のNo 1及びNo 2に示すような組脂と充填剤の組成物をスーパーミキサーで5分間混合した後、ポリエチレン系は180℃で、ポリプロピレン系は230℃で二軸押出機を用いてスライド状に押出した後、ベレット状に切断した。

得られたベレットを、スクリーン径30mmφ、 $L/D=24$ の押出機に取付けたリップ間隙1mmのダイよりポリエチレン系は180℃で、ポリプロピレン系は230℃で押出し、内部が60℃の水が循環する直径100mmφの冷却ロールに接触せしめ、0.8m/分で引き取りシート状物を得た。

このシート状物を、回転速度の異なる2対の加熱ニップロール間でポリエチレン系は室温で、ポリプロピレン系は110℃にて延伸倍率3倍に一

軸延伸した。更に該一軸延伸フィルムを、一軸延伸方向と垂直な方向にポリエチレン系は80℃でポリプロピレン系は120℃にて延伸倍率2倍になるようにテンター延伸機（ブルックナー製）で延伸し、微生物不透過膜A及びBを得た。得られた微生物不透過膜A及びBの物性を第1表に示した。

#### (実施例)

以下、本発明をさらに具体的に説明するために、実施例を示すが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、実施例及び比較例に示す物性は下記の方法により測定した。

通気度; JIS P 8117 (ガーレ通気度) に従って測定。

空隙率; 比重法により測定。

最大細孔径; メタノールバブルポイント法により測定。(不織布は水を用いて測定した。)

濡れ指数; JIS K 6708 に従って測定。

また、用いた樹脂は次の通りである。( ) 内

軸延伸した。更に該一軸延伸フィルムを、一軸延伸方向と垂直な方向にポリエチレン系は80℃でポリプロピレン系は120℃にて延伸倍率2倍になるようにテンター延伸機（ブルックナー製）で延伸し、微生物不透過膜A及びBを得た。得られた微生物不透過膜A及びBの物性を第1表に示した。

また、得られた微生物不透過膜Bの片面にメッシュ状に塗布した接着剤でポリエチレン不織布とレーヨン不織布を夫々貼り合せ、複合膜を製造した。

得られた複合膜について上記と同様にして物性を測定し、その結果を第1表のNo 3及びNo 4に示した。但し、通気度は複合膜そのものの値であり、他の物性は微生物不透過膜Bの値を示した。

こうして得られた微生物不透過膜A及びBと複合膜について、微生物の不透過性テストとインダ・スタンダード・テスト (INDA STANDARD TEST) に準じて行なった。即ち、仔牛の血清（表面張力は60 dyne/cm）中に下記(a)~(c)の細菌を  $10^6$  /

■ 2 分散させ、これを上記で得た微生物不透過膜及び複合膜に静水圧 150 mmH<sub>2</sub>O をかけて6時間接触させた。微生物不透過膜及び複合膜の血清と接触する面と反対側の面にはシャーレを接触させた。細菌の不透過性の確認はシャーレを30℃で1日培養した後のコロニー数を求めることにより行なった。

その結果を第1表に併記した。

- (a) シュードモナス・デミニュータ (径 0.2 μm)  
(b) セラチア・マルセッセンス (径 0.45 μm)  
(c) サッカロミセス・アピキュラタス (径 0.8 μm)

結果を第1表に示した。

さらに、複合膜については着衣に加工して着心地を評価し、その結果を次の基準で第1表に示した。

気心地 良い：○

快適：◎

比較のために上記微生物不透過膜Aと同様の方法で製造したが最大細孔径が4.0 μm と大きい微多孔膜、及びレーヨンの不織布について上記と同様にその物性及び微生物不透過性テストを行ない、

第 1 表

No	微生物不透過膜の種類	樹脂(重量部)			炭酸カルシウム		空隙率 (%)	通気度 (sec/100cc)	Dmax (μm)	濡れ指数 (dyne/cm)	微生物の種類と透過性(コロニー数)			着心地
		PP	HDPE	L-LDPE	重量部	粒径(μm)					(a)	(b)	(c)	
1	A	40	0	0	60	0.03	55	240	0.3	31	0	0	0	—
2	B	0	30	20	50	1.0	45	750	1.0	42	0	0	0	—
3	Bとポリエステル不織布の貼り合せ	—	—	—	—	—	45	820	1.0	42	0	0	0	◎
4	Bとレーヨン不織布の貼り合せ	—	—	—	—	—	45	830	1.0	42	0	0	0	○
5*	微多孔膜	50	0	0	50	2.5	50	150	4.0	36	10 <sup>4</sup>	10 <sup>4</sup>	10 <sup>4</sup>	—
6*	レーヨン不織布	—	—	—	—	—	90	5以下	15以下	31	10 <sup>7</sup>	10 <sup>7</sup>	10 <sup>7</sup>	○

\* No.5及びNo.6は比較例である。